

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-126891

(43)Date of publication of application : 27.04.1992

---

(51)Int.Cl. D21H 13/12  
B01D 39/16  
D01F 6/18  
D21D 1/34  
// D04H 1/42  
D21H 17/37

---

(21)Application number : 02-245262

(71)Applicant : DAICEL CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 14.09.1990

(72)Inventor : MIYAGAWA KO

OZAKI TORU

---

(54) FINE POLYACRYLIC FIBER MATERIAL AND PRODUCTION THEREOF

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject material useful as a filter medium, nonwoven cloth, vibration plate, etc., by dispersing polyacrylic fiber in water, etc., passing through a narrow orifice under specific pressure difference, quickly decelerating the dispersion by colliding against a wall at a high speed to apply strong shearing force to the fiber and repeating the above process.

CONSTITUTION: Polyacrylic fibers are dispersed in water or an organic solvent (e.g. isopropyl alcohol, ethylene glycol or ethyl acetate) which does not dissolve the polyacrylic fiber. The dispersion is passed through a narrow orifice under a pressure difference of  $\geq 200\text{kg/cm}^2$ , preferably 300–500 $\text{kg/cm}^2$  and allowed to collide against a wall at a high speed to effect quick deceleration of the dispersion and application of strong shearing force to the polyacrylic fiber. The above procedures are repeated to obtain the objective material containing polyacrylic fibers having uniform diameter and dispersed in the material in a state randomly oriented as a whole without forming a bundle. The diameter of the polyacrylic fiber measured in dry state is 0.01–1.0 $\mu\text{m}$  (0.1 $\mu\text{m}$  on an average) and the length of the fiber is  $\geq 100$  times the fiber diameter.

## ⑥ 公開特許公報 (A) 平4-126891

⑦ Int. Cl. 5	識別記号	序内整理番号	⑧公開 平成4年(1992)4月27日
D 21 H 13/12	A	7059-4D	
B 01 D 39/16	B	7199-3B	
D 01 F 8/18		8118-3B	
D 21 D 1/34		8118-3B	
// D 04 H 1/42	X	7332-3B	
D 21 H 17/37	L	7332-3B	
		8118-3B D 21 H 5/00 Z	
		8118-3B 5/12 A	
		9158-3B 3/38 101	
		審査請求 未請求 請求項の数 3 (全5頁)	

⑨発明の名称 微細ポリアクリル繊維材料及びその製造法

⑩特 願 平2-245262

⑪出 願 平2(1990)9月14日

⑫発 明 者 宮 川 淳 兵庫県揖保郡御津町497-48

⑬発 明 者 尾 翔 亨 兵庫県姫路市網干区興浜1903-3

⑭出 願 人 ダイセル化学工業株式 大阪府堺市鉄砲町1番地  
会社

⑮代 理 人 弁理士 古 谷 駿 外3名

明月 木田 浩志

## 1. 発明の名称

微細ポリアクリル繊維材料及びその製造法

## 2. 特許請求の範囲

1 乾燥状態で測定した時の直径が0.01μmから1.0 μmの範囲にあり、平均として0.1μm程度であり、直径が100倍以上の長さを持つほぼ均一な太さのポリアクリル繊維が結束しないで全体として乱雑な方向で存在しているポリアクリル繊維材料。

2 水もしくはポリアクリル繊維を溶解しない有機溶媒中に微小繊維が再凝聚を起こさない請求項1記載のポリアクリル繊維材料よりも繊維ポリアクリル繊維集合物。

3 ポリアクリル繊維を水もしくはポリアクリル繊維を溶解しない有機溶媒中に分散させ、少なくとも200dynes/cmの圧力差で小口径オリフィスを通過させ、高速で器壁に衝突させて急速に減速させることによりポリアクリル繊維に強い剪断力を与える操作を繰り返し行なう

ことを特徴とする請求項2記載の微細ポリアクリル繊維材料の製造法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は微細ポリアクリル繊維集合物及びその製造法に関する。

## 〔従来の技術及びその課題〕

従来、工業的に広く用いられている合成繊維はその繊維径が3~20μm程度のものであるが、近年、繊維径が0.1μm程度の微細繊維が注目されつつある。

0.1 μm程度の繊維径を有する合成繊維の集合物は繊維径が極めて細かいために有用な点が多い。例えば通常では捕捉できないような粒子が捕捉されるため過濾材としての用途、空気を多量に含むため吸湿材としての用途、印刷適性が良好であるために紙及び紙力増強材としての用途等多方面の利用分野が期待できる。

しかしながら、繊維径が0.1μm程度の微細繊維を工業的に得ようとすれば特異な技術、

第3段階が必要となるなどの問題があった。  
〔説明を解決するための手段〕

本発明者は上記の問題点を解決すべく報道研究した結果、本発明を完成するに至った。

すなはち本発明は、低速状態で測定した時の直後の0.01mmから1.0mmの範囲にあり、平均として0.1mm程度であり、低速の100倍以上の長さを持つ被溶融…なたぐのポリアクリル樹脂が結果しないで全体として乱雑な方向で存在しているポリアクリル樹脂、水もしくはポリアクリル樹脂を溶解しない有機溶媒中で微小樹脂の再凝集を防止した上記のポリアクリル樹脂材料よりなる微細ポリアクリル樹脂集合物、並びにポリアクリル樹脂を水もしくはポリアクリル樹脂を溶解しない有機溶媒中に分散させ、少なくとも200kg/cm<sup>2</sup>の圧力差で小径オリフィスを通過させ、高速で容器に衝突させて急速に減速させることによりポリアクリル樹脂に強い剪断力を与える操作を繰り返し行なうことを特徴とする上記の微細ポリアクリル樹脂集合物の製造

法を提供するものである。尚、ここで「再凝集を防止した」とは再凝集を起こさないという意味である。更に詳しく説明すればポリアクリル樹脂の懸濁液が再凝集しないよう処理しなくては十分に安定であり、放置しても再凝集しない懸濁液のことである。

また、ポリアクリル樹脂とはポリアクリロニトリル系合成繊維のことであり、ポリアクリロニトリル又はアクリロニトリルを主成分とする共重合体を妨害して得られる合成繊維、其重合体成分、溶剤及び助剤等によって種々の製品がある。

本発明において、ポリアクリル樹脂は水分散液の状態で微細化されるか、或いはポリアクリル樹脂を溶解しない有機溶媒中で又は粉砕液と水との混合物中で分散された状態でも微細化される。ポリアクリル樹脂を溶解しない有機溶媒としては、例えばイソブロモアルコール等の1価アルコール、エチレングリコール、グリセリン等の多価アルコール類、ジエチルエーテル

等のエーテル類、酢酸エチル等のエスチル類が挙げられる。

また、本発明において最初の微細化には高圧ホモジナイザー、ディスクリファイナー、ジョルダン、ピーター等が使用されるが、高圧ホモジナイサーは特に有効な手段である。高圧ホモジナイサーとしては例えば Hasleau-Casslin(商標)ホモジナイザーとして市販されているものが挙げられる。この装置はオネ乳製品造業等において均質化エマルジョン、分散体の製造に用いられている装置であり、高圧ポンプ、高圧ポンプから被処理液を高圧で射出する充填装置、吐出液が衝突する弁座装置及び被処理液の高圧ポンプ吸入口への循環装置を備えている。この種の装置とその作動については公知の文献例えばケミカル・エンジニアリング(Chemical Engineering), 13(5), 86-92, 1976に記載されている。

高圧ホモジナイザー処理は本質的に連続であるが、処理液の仕込みは間分式、即ち半連続的

操作として実施することができる。処理圧力、処理箇数は得られた処理液の性状を所望のものと比較することにより容易に決めることができる。処理圧力が高いほど処理箇数が少なくては同程度のレベルの微細化効果が期待できる。

この高圧ホモジナイザーによってアクリル樹脂を処理する場合は濃度0.5~10重量%のアクリル樹脂スラリー(樹脂は水もしくはアクリル樹脂を溶解しない有機溶媒)を調製し、このスラリーを小口径オリフィスを通過させると同時に急速に減速させることによりポリアクリル樹脂がミクロフィブリル化され、実質的に安定な懸濁液となるまで接着し次にこれをオリフィス出口近傍の壁体に衝突させて急速に減速させることによりポリアクリル樹脂を剪断及び切断する作用を行なわせる。この工程をアクリル樹脂がミクロフィブリル化され、実質的に安定な懸濁液となるまで接着し次にこれをオリフィス出口近傍の壁体に衝突させて急速に減速させることによりポリアクリル樹脂がミクロフィブリル化され、実質的に安定な懸濁液となるまで接着し次にこれをオリフィス出口近傍の壁体に衝突させて急速に減速させることによりポリアクリル樹脂がミクロフィブリル化され、実質的に安定な懸濁液となるまで接着し次にこれをオリフィス出口近傍の壁体に衝突させて急速に減速させることによりポリアクリル樹脂がミクロフィブリル化され、実質的に安定な懸濁液となるまで接着し次にこれをオリフィス出口近傍の壁体に衝突させて急速に減速させることにより本発明の目的とする微細な繊維化のアクリル樹脂集合物が得られる。

懸濁液の安定性は、安定性、液体保持力値、粘度、ショッパーろ水度及びZ-電位の物理的

により評価される。本発明においてポリアクリル酸塩類溶液の安定度、液体保持力値、粘度、ショッパーろ水度及びZ-電位は以下に示す方法により測定される。

#### 1) 安定度

ポリアクリル酸塩のゲル状態溶液を茹鉢し0.5重曹%の分散液を調整する。これを100mlのメスシリングーに入れ、室温で1時間放置し後に生ずる透明な上澄液量をA(g)とした時に、100-Aで定義される値を安定度とした。安定度は分散懸濁液の分離のしくさを表す指標であり、全く分離しない分散液の安定度は100である。

#### 2) 液体保持力値

ポリアクリル酸塩の水又はポリアクリル酸塩を溶解した有機溶媒の懸濁液試料を200mlのメッシュの滤斗に入れ、これを遠心効率1300の遠心力で20分間透析し脱水する。その後試料を取り出してその重さ(Wg)を測定する。次にこの試料を105°Cで恒量となるまで乾燥

し、その重さ(Wzg)を測定する。液体保持力値は次式で算出される。

$$\text{液体保持力値} = \frac{W_z - W_x}{W_x} \times 100$$

液体保持力値は保水力をあらす指標であり、数値が大きい程保水力は大となる。

#### 3) 粘 度

2重量%固形濃度の懸濁液試料を25°Cに調温し、B型粘度計(東京計器製、型式BL型)を用い、ローターNo.4、60回転で粘度を測定する。

#### 4) ショッパーろ水度(°SR)

JIS P8121-1978「バルブのろ水度試験方法」に準じて行なう。

#### 5) Z-電位

流动電位測定装置 ZP-100 型(島津製作所)を用いて行なう。

本発明の実施に際してはポリアクリル酸塩を粒径 0.5mm 以下に粉碎したものと原料とし、こ

れを水又はポリアクリル酸塩を溶解しない適当な有機溶媒に分散させて懸濁液とする。懸濁液の濃度は重量%で1~10%の範囲が好ましい。

この懸濁液を前述の高圧ホモジナイザー等に入れる、少なくとも200kg/cm<sup>2</sup>、好ましくは300~500kg/cm<sup>2</sup>の圧力を加え、高圧ホモジナイザーを通過させる。この間に剪断力がポリアクリル酸塩に加えられるが、その効果は主として繊維物と平行な方向に引き裂き、ほぐすような力として得られ、次第に纖維はミクロフィブリル化されると共に上記の物性値で定義される懸濁液としての安定性が増大する。

#### 〔発明の効果〕

本発明によれば、通常の細い纖維を得る紡糸技術では達成できない従来の常識の範囲にない全く新たな微細ポリアクリル酸塩集合物及びその製造法が提供される。

本発明によって得られる該纖維ポリアクリル酸塩集合物は合成纖維からなる集合物であらうが、単独で抄紙性を有すると共に無縫、有縫潤

体の分散性能に優れているため、高性能織物、不織布のみならず、振動板、熱抵抗、セメント加工品、セラミック加工品等の添加剤としての用途も期待される。

#### 〔実施例〕

以下の実施例にて本発明を説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。実施例1

ポリアクリル酸塩(1.5デニール)を造り粉砕(日本精錬製作所製、タイプ 2M)で予備粉砕する。金網は0.25mmの孔径のものを使用する。粉砕したポリアクリル酸塩40gを水1560gに分散してポリアクリル酸塩分2%の分散液を調整する。

これを高圧ホモジナイザー(Gauia 15M-BTA)に常温(約25°C)で仕込み、圧力 500kg/cm<sup>2</sup>、回数20回の処理を行い、懸濁液を得た。得られた懸濁液の物性値は、安定度 100、液体保持力値 1000、粘度 5000cps、ショッパーろ水度 88°SR、Z-電位は -0.6mV(0.2%懸濁液)であっ

た。

上記で得られた水懸液を流延法によりフィルム化した。得られたフィルムの物性値を表-1に示す。また、同フィルムの電子顕微鏡写真を図-1に示す。図-1において、フィルムを構成する繊維の平均纖維径は約0.1μmである。

表-1

	厚み (mm)	引張強度 (kg/cm)	伸長度 (%)
縦方向	0.12	149	5.7
横方向	0.13	147	5.7

測定条件: レオメータ(不動工業製)

フィルム幅: 10mm

フィルム長さ: 50mm

引張速度: 60mm/min

#### 比較例1

実施例1と同様に予備粉碎したポリアクリル酸銀をポリアクリル繊維分2%となるように水

に分散させ、分散液の物性値を測定したところ、安定度0、液体保持力値0、粘度100cps、ショッパーろ水度13°SR、Z-電位は-7.3mVであった。また、この分散液をフィルム化することは不可能であった。

#### 実施例2

実施例1と同様に予備粉碎したポリアクリル酸銀40gをイソプロピルアルコール(IFP)と略記する)1960gに分散してポリアクリル酸銀分2%の分散液を調製する。

これを高圧ホモジナイザー(Gauzin ISM-BTA)に常温(約25°C)で仕込み、圧力500kg/cm<sup>2</sup>、回数20回の処理を行い、熟濁液を得た。得られたIFP懸液の物性値は、安定度100、IFP保持力値950、粘度3400cps、ショッパーろ水度93°SR、Z-電位は-29.4mV(0.2%懸液)であった。

上記で得られたIFP懸液を流延法によりフィルム化した。得られたフィルムの物性値を表-2に示す。また、同フィルムの電子顕微鏡写

1 1

真を図-2示す。図-2において、フィルムを構成する繊維の平均纖維径は約0.1μmである。

表-2

	厚み (mm)	引張強度 (kg/cm)	伸長度 (%)
縦方向	0.13	237	5.0
横方向	0.14	231	5.5

測定条件: レオメータ(不動工業製)

フィルム幅: 10mm

フィルム長さ: 50mm

引張速度: 60mm/min

#### 比較例2

実施例2と同様に予備粉碎したポリアクリル酸銀をポリアクリル繊維分2%となるようにIFPに分散させ、分散液の物性値を測定したところ、安定度0、液体保持力値0、粘度86cps、ショッパーろ水度13°SR、Z-電位は-38.6mVであった。また、この分散液をフィルム化すること

1 2

は不可能であった。

#### 4. 図面の簡単な説明

図-1は実施例1で得られたフィルムを構成する繊維の形状を示す電子顕微鏡写真。図-2は実施例2で得られたフィルムを構成する繊維の形状を示す電子顕微鏡写真である。

出願人代理人 古谷 鶴  
(外3名)

図 - 1

図 - 2

